

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 8-38802

(43) 公開日 平成 8 年 (1996) 2 月 13 日

(51) Int. Cl. ⁶

B01D 3/16

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 9344-4D

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平 7-123629
 (22) 出願日 平成 7 年 (1995) 5 月 23 日
 (31) 優先権主張番号 P 4418488. 3
 (32) 優先日 1994 年 5 月 27 日
 (33) 優先権主張国 ドイツ (DE)

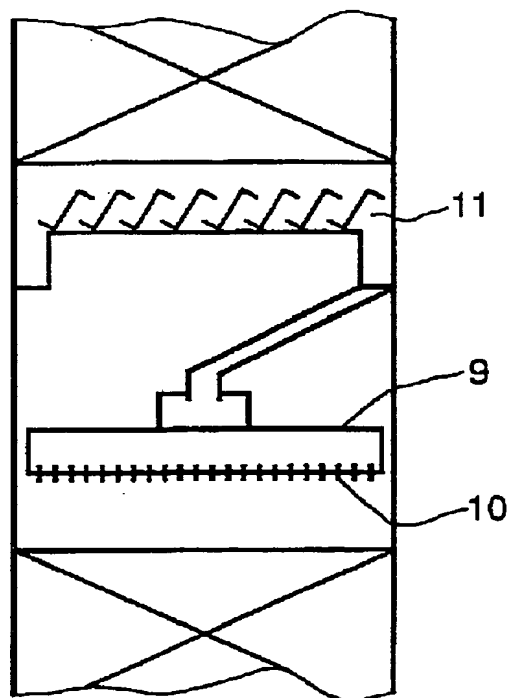
(71) 出願人 590001212
 ビーエーエスエフ アクチエンゲゼルシャ
 フト
 ドイツ連邦共和国 ルートヴィッヒスハー
 フェン カール-ボッシュシュトラッセ
 38
 (72) 発明者 ゲルト、カイベル
 ドイツ、68623、ラムペルトハイム、
 ローベルト-ボッシュシュトラッセ、4
 (74) 代理人 弁理士 田代 丞治 (外 1 名)

(54) 【発明の名称】 混合物の蒸留分離方法およびこのための装置

(57) 【要約】

【目的】 充填物を装填した蒸留塔を使用する場合にも、組成物、すなわち混合物から分離されるべき組成分の十分に高い純度をもたらし得る、混合物蒸留分離方法およびこれを実施する装置を提供すること。

【構成】 好ましい液体移動をもたらすために、蒸留塔内の縁辺において流下する液体を上昇する蒸気と均衡させ、蒸留塔の全横断面にわたり、液体細流密度の特殊な非均斉分布をもたらすこと。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 完全もしくは部分的に充填物が充填されており、積重ねられまたは山積みされた素子中を上昇する蒸気および下降する液体を、蒸発器および凝縮器の間において緊密に接触させ、材料移動の結果として低沸点組成分が塔頂の凝縮器で、高沸点組成分が塔底で得られるようになされている蒸留塔により、混合物を蒸留分離して純粋組成分にする方法であって、蒸留塔内においてその全横断面にわたり液体細流密度の特別な非均斉分布をもたらすことを特徴とする方法。

【請求項2】 塔壁および場合により設けられている隔壁の帯域において液体流動密度を調整することを特徴とする、請求項(1)による方法。

【請求項3】 蒸留塔のストリップング区域における塔壁帯域において、液体流動速度の低下を、調整区域における塔壁帯域において、液体流動速度の増加をもたらすことを特徴とする、請求項(2)による方法。

【請求項4】 隔壁を有する蒸留塔を使用する場合において、その全長にわたりもしくは部分的に、塔壁帯域において相違する液体流動速度をもたらす、混合物給送区域の給送点上方および側方取出し区域の取出し点下方において、液体流動速度を増加させ、給送区域の給送点下方および取出し区域の側方取出し点上方において、液体流動速度を低下させることを特徴とする、請求項(2)による方法。

【請求項5】 他の帯域に比べて、特定区域において横断面液体流動密度を10から100%、ことに20から50%低くし、また他の帯域に比べて、特定区域において上記流動密度を10から1000%、ことに20から50%高くすることを特徴とする、請求項(1)による方法。

【請求項6】 蒸留塔の中核帯域と塔壁帯域における好ましい液体細流密度に対応して、排出細孔(10)の配列もしくはその直径が決定される再分布手段(9)と液体補集手段(11)とを有する蒸留塔から構成されることを特徴とする、請求項(1)による方法を実施するための装置。

【請求項7】 不規則に山積みされた充填物がストリップング区域の塔壁帯域において、低い液体流動速度が好ましい塔内帯域に使用される場合、充填物直径に対して0.5から3倍、ことに1から1.5倍の寸法で充填物山積体中に突出して、液体を塔壁帯域から充填物山積体の方に変向させる邪魔板(8)が、0.1から2m、ことに0.3から1mの高さ方向間隔で設けられていることを特徴とする、請求項(6)による装置。

【請求項8】 調整区域(1、2、5)における温度が雰囲気温度より高い蒸留塔の場合において、ジャケット上の絶縁層(12)の厚さおよび位置を選定して、塔の縁辺帯域において、望ましい液体細流密度の増大が達成されるようになされていることを特徴とする、請求項

(6)による装置。

【請求項9】 塔壁帯域における液体細流密度が、蒸留塔のストリップング区域(3、5、6)における塔壁に装着された保護電熱器(13)による液体蒸発で低減されるようになされていることを特徴とする、請求項

(6)による装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【技術分野】 本発明は完全もしくは部分的に充填物が充填されており、積重ねられまたは山積みされた素子中を上昇する蒸気および下降する液体を、蒸発器および凝縮器の間において緊密に接触させ、材料移動の結果として低沸点組成分が塔頂の凝縮器で、高沸点組成分が塔底で得られるようになされている蒸留塔により、混合物を蒸留分離して純粋組成分にする方法に関する。本発明はさらに上記方法を実施するための、液体補集手段と、再分布手段を具備する蒸留塔から成る装置に関する。

【0002】

【従来技術】 充填塔は蒸留分離技術において広く使用されている。不規則細片のほかに、分離用充填物として、ラーシヒリング、ボールリング、セラミックサドル、堆積充填物が使用される。これらは、例えば穿孔金属板、金属繊維織成体、プラスチック材料、セラミック材料から製造される。棚段蒸留塔と比べて、充填塔は、ことに圧力損、構成材料を損傷するおそれのある熱応力、またしばしば投資コストに関して利点を有する。これは、分離されるべき組成物の純度が低い場合にも、高純度を要する用途にも使用されるが、ことに極めて高い純度が要求される場合には、現場においては充填塔を使用するについて依然として抵抗がある。充填塔では、工業的規模において、要求される純度が達成され得ないことがあるからである。そこで棚段塔を使用する必要が再び生じている。

【0003】 このような場合、充填高さを増加することでは不十分であり、またコストの面でも好ましくない。従って、充填物製造業者は、一般的対策として、液体の反覆補集および介在分配手段による液体の再分配を推奨する。現在までのところ、充填塔において確実に高純度を達成するには、これが最も信頼し得る対策である。しかしながら、液体補集装置および分配装置を使用することは、そのコストおよび設計高さの点で不利益である。分配装置の型式と充填塔の直径とに応じて、1から2.5mの追加的塔高さが、各中間的液体分配ごとに必要となる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 そこで従来技術に置ける課題ないし本発明の目的は、充填物を装填した蒸留塔を使用する場合にも、組成物、すなわち混合物から分離されるべき組成分の充分に高い純度をもたらす得る、混合物蒸留分離方法およびこれを実施する装置を提供する

ことである。

【0005】

【課題を解決するための手段】しかるに上述した課題ないし目的は、技術分野の項で述べた方法であって、蒸留塔内においてその全横断面にわたり液体細流密度の特別な非均斉分布をもたらすことを特徴とする方法により解決ないし達成され得ることが本発明者らにより見出された。また上述した装置に関する課題ないし目的は、蒸留塔の中核帯域と塔壁帯域における好ましい液体細流密度に対応して、排出細孔(10)の配列もしくはその直径10とを有する蒸留塔から構成されることを特徴とする装置により解決ないし達成される。

【0006】

【実施例】本発明による方法および装置の詳細と利点を、添附図面に例示された実施態様に関連して以下においてさらに説明する。

【0007】蒸留塔(図1)において混合物ないし組成物を分離する場合、上昇する蒸気と下降する液体は、一般的に、塔の底部に在る蒸発器Vと塔の頂部に在る凝縮器Kとの中間において、緊密に接触せしめられる。この材料移動の間に、低沸点組成成分Aは蒸気中に蓄積され、高沸点組成成分は液体中に蓄積される。前者Aは塔頂から取出され、後者B、Cは塔底に貯留される。分離効果の質は、蒸気、液体の流路に沿って、蒸留塔内部の全横断面にわたり、いかに両者を均質に分配するか、そしてまたいかに緊密に両者を混合するかに係っている。しかしながら、液体および蒸気の流量は塔の壁面部分部分で増大することが知られており、また充填物の周辺層は抵抗を少なくするので隔壁(7)(図2)、すなわち周辺のバイパスにおいて増大する可能性がある。従ってこの帯域で液体は材料移動に充分に参加しない。

【0008】本発明は、他の帯域にくらべて、蒸留塔のストリップング区域(3、4、6)、すなわち混合物導入部より下方のこのような帯域において、液体流動密度をことに低く、例えば10から100%、ことに20から50%にすることにより、上述した障害を除去しようとするものである。他方において、塔の調整区域(1、2、5)においては、液体の流動密度は、例えば10から1000%、ことに20から50%だけ増大せしめられる。

【0009】隔壁蒸留塔を使用する場合には、隔壁(7)の帯域において、その全長にわたり、あるいは部分的に相違する液体流動速度がもたらされる。すなわち、給送区域(2)の混合物給送点から上方および取出し区域(5)の側方取出し点から下方において、液体流

動速度は増加し、また給送区域(4)の給送点下方および取出し区域(3)の側方取出し点から上方において、液体流動速度は低下する。

【0010】このような液体の特異な非均斉分布は、相違する設計の液体分布手段9(図3)によりもたらされ得る。例えば排出細孔(10)の数と配列、および/またはその直径は、適当に変えられる。この分配装置は、少くとも塔の上方端部と給送点に設置される。上流液体捕集器(11)を備えた追加的中間分配装置を使用する場合には、これも追加設定して、対応する液体非均斉分布をもたらすのが好ましい。

【0011】液体非均斉分布は、また蒸留塔壁および必要に応じて隔壁に関する設計対策、例えば液体用邪魔板(8)を塔ストリップング区域中において0.1から2m、ことに0.3から1mの高さ間隔を置いて設置することによっても、もたらされ得る。山積み充填物の場合、上記邪魔板は充填物直径の約0.5から3倍、ことに1から1.5倍の寸法で壁面から塔内空間に突出させる。

【0012】液体細流密度の特別な非均斉分布をもたらすためのさらに他の手段は、蒸留塔の調整区域におけるジャケットの絶縁層(12)の厚さと位置を選定して、塔と雰囲気間の温度差に従って、雰囲気温度より高い温度で蒸留塔を稼働させることであって、これにより縁辺帯域における帯域関連液体流がもたらさせる。

【0013】塔のストリップング区域3、4、6において、塔壁面帯域の液体細流密度を、塔外壁の保護加熱器(13)による蒸発によって低減させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】蒸留塔の概略図である。

【図2】隔壁を有する蒸留塔の概略図である。

【図3】蒸留塔中における液体捕集および再分配手段の概略図である。

【符合の説明】

A……………低沸点組成成分

B、C……………高沸点組成成分

K……………凝縮器

V……………蒸発器

1、2、5……………調整区域

3、4、6……………ストリップング区域

2、4……………給送区域

3、5……………取出し区域

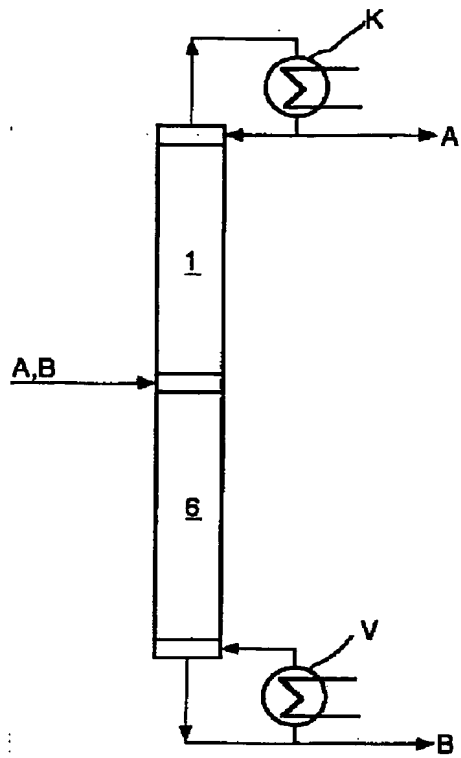
7……………隔壁

8……………邪魔板

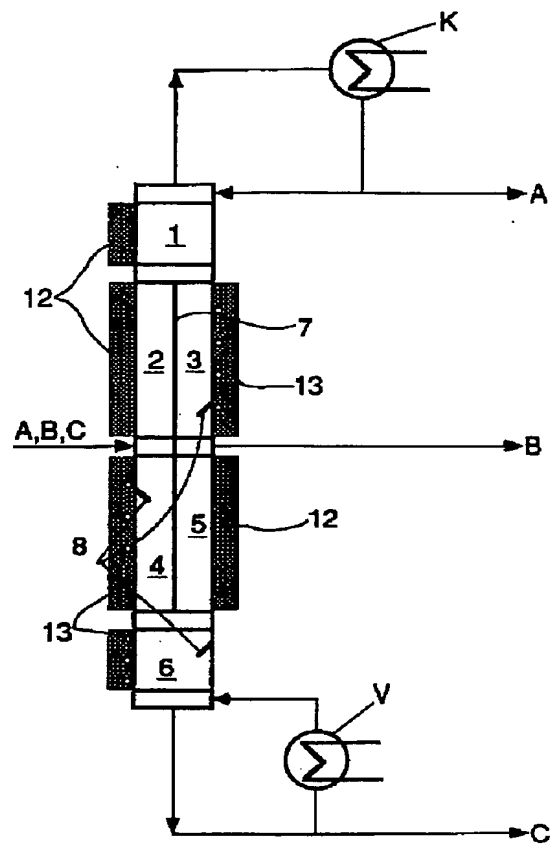
12……………絶縁層

13……………加熱器

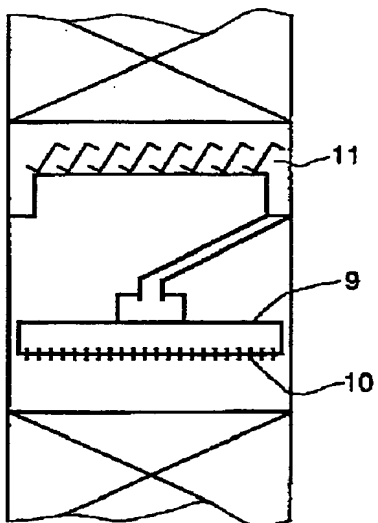
【図1】



【図2】



【図3】



【手続補正書】

【提出日】平成 7 年 7 月 2 1 日

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項 1

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項 1】 完全にもしくは部分的に充填物が充填されており、積重ねられまたは山積みされた素子中を上昇する蒸気および下降する液体を、蒸発器および凝縮器の間において緊密に接触させ、物質移動の結果として低沸点組成成分が塔頂の凝縮器で、高沸点組成成分が塔底で得られるようになされている蒸留塔により、混合物を蒸留分離して純粋組成成分にする方法であって、蒸留塔内においてその全横断面にわたり液体細流密度の特別な非均斉分布をもたらすことを特徴とする方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項 3

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項 3】 蒸留塔のストリップング区域における塔壁帯域において、液体流動速度の低下を、精留区域における塔壁帯域において、液体流動速度の増加をもたらすことを特徴とする、請求項 (2) による方法。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項 8

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項 8】 精留区域 (1、2、5) における温度が雰囲気温度より高い蒸留塔の場合において、ジャケット上の絶縁層 (12) の厚さおよび位置を選定して、塔の縁辺帯域において、望ましい液体細流密度の増大が達成されるようになされていることを特徴とする、請求項 (6) による装置。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正内容】

【0001】

【技術分野】 本発明は完全にもしくは部分的に充填物が充填されており、積重ねられまたは山積みされた素子中を上昇する蒸気および下降する液体を、蒸発器および凝縮器の間において緊密に接触させ、物質移動の結果として低沸点組成成分が塔頂の凝縮器で、高沸点組成成分が塔底で得られるようになされている蒸留塔により、混合物を蒸留分離して純粋組成成分にする方法に関する。本発明はさらに上記方法を実施するための、液体補集手段と、再

分布手段を具備する蒸留塔から成る装置に関する。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正内容】

【0007】 蒸留塔 (図 1) において混合物ないし組成物を分離する場合、上昇する蒸気と下降する液体は、一般的に、塔の底部に在る蒸発器 V と塔の頂部に在る凝縮器 K との間において、緊密に接触せしめられる。この物質移動の間に、低沸点組成成分 A は蒸気中に蓄積され、高沸点組成成分は液体中に蓄積される。前者 A は塔頂から取出され、後者 B、C は塔底に貯留される。分離効果の質は、蒸気、液体の流路に沿って、蒸留塔内部の全横断面にわたり、いかに両者を均質に分配するか、そしてまたいかに緊密に両者を混合するかに係っている。しかしながら、液体および蒸気の流量は塔の壁面部分で増大することが知られており、また充填物の周辺層は抵抗を少くするので隔壁 (7) (図 2)、すなわち周辺のバイパスにおいて増大する可能性がある。従ってこの帯域で液体は物質移動に充分に参加しない。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正内容】

【0008】 本発明は、他の帯域にくらべて、蒸留塔のストリップング区域 (3、4、6)、すなわち混合物導入部より下方のこのような帯域において、液体流動密度をことに低く、例えば 10 から 100%、ことに 20 から 50% にすることにより、上述した障害を除去しようとするものである。他方において、塔の精留区域 (1、2、5) においては、液体の流動密度は、例えば 10 から 1000%、ことに 20 から 50% だけ増大せしめられる。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正内容】

【0012】 液体細流密度の特別な非均斉分布をもたらすためのさらに他の手段は、蒸留塔の精留区域におけるジャケットの絶縁層 (12) の厚さと位置を選定して、塔と雰囲気間の温度差に従って、雰囲気温度より高い温度で蒸留塔を稼働させることであって、これにより縁辺帯域における帯域関連液体流がもたらされる。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】符号の説明

【補正方法】変更

【補正内容】

【符合の説明】

A……………低沸点組成分

B、C……………高沸点組成分

K……………凝縮器

V……………蒸発器

1、2、5……………精溜区域

3、4、6……………ストリップング区域

2、4……………給送区域

3、5……………取出し区域

7……………劃壁

8……………邪魔板

12……………絶縁層

13……………加熱器